



(19)

(11) Publication number: 09151119

Generated Document.

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(21) Application number: 08156326

(51) Intl. Cl.: A61K 7/06 C08G 77/46 C08L
83/06

(22) Application date: 29.05.96

(30) Priority: 29.09.95 JP 07275035

(43) Date of application
publication: 10.06.97(84) Designated
contracting states:

(71) Applicant: NIPPON UNICAR CO LTD

(72) Inventor: ANDO EIJI
SUZUKI KENICHI

(74) Representative:

(54) HAIR COSMETIC

(57) Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED:

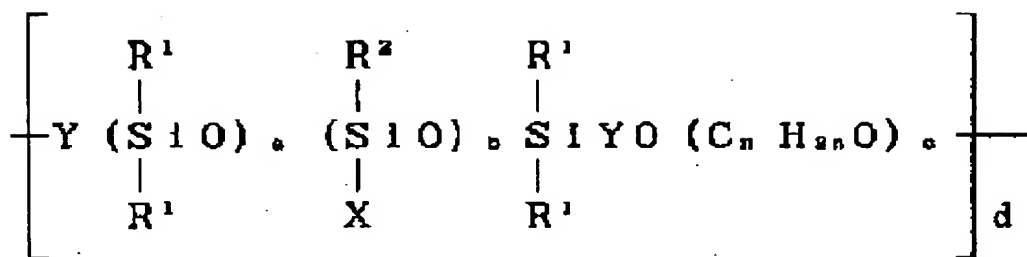
To prepare a hair cosmetic capable of giving the hair antistatic effect, and useful as a shampooing agent, containing a specific silicone-based block copolymer.

SOLUTION: This hair cosmetic contains a reactive silicon-based block copolymer of the formula [R1 is a monovalent hydrocarbon group containing no aliphatic unsaturated bond; X is the formula R3-Z (R3 is a direct bond or a 1-20C divalent hydrocarbon group; Z is an ammonium-contg. group. etc.); R2 is same as R1 or X; (n) is an integer of 2-4; (a) is an integer of ≥ 2 ; (b) is an integer of ≥ 1 ; (c) is an integer

Best Available Copy

of ≥ 4 ; (d) is an integer of ≥ 2 ; Y is a divalent organic group bound to the adjacent silicon atom via C-Si linkage and to polyoxyalkylene block via an O-atom; the average molecular weight of each siloxane block is about 250-10000; the average molecular weight of each polyoxyalkylene block is about 200-10000; the siloxane blocks account for about 25-95wt.% of the copolymer; the average molecular weight of the block copolymer is about 1000].

COPYRIGHT: (C)1997,JPO



(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平9-151119

(43) 公開日 平成9年(1997)6月10日

(51) Int.Cl. ⁶	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
A 6 1 K 7/06			A 6 1 K 7/06	
C 0 8 G 77/46	NUL		C 0 8 G 77/46	NUL
C 0 8 L 83/06	LRM		C 0 8 L 83/06	LRM

審査請求 未請求 請求項の数1 F D (全 17 頁)

(21) 出願番号 特願平8-156326

(22) 出願日 平成8年(1996)5月29日

(31) 優先権主張番号 特願平7-275035

(32) 優先日 平7(1995)9月29日

(33) 優先権主張国 日本 (J P)

(71) 出願人 000230331

日本ユニカー株式会社

東京都千代田区大手町2丁目6番1号

(72) 発明者 安藤 英治

神奈川県横浜市青葉区鶴志田町533グリーン

ンヒル鶴志田東3-205

(72) 発明者 鈴木 賢一

神奈川県川崎市宮前区平2-12-7-404

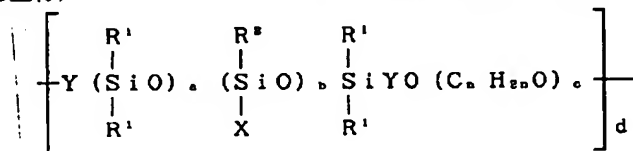
(74) 代理人 弁理士 倉内 基弘 (外1名)

(54) 【発明の名称】 毛髪化粧料

(57) 【要約】

(修正有)

* * 【解決手段】 次式:



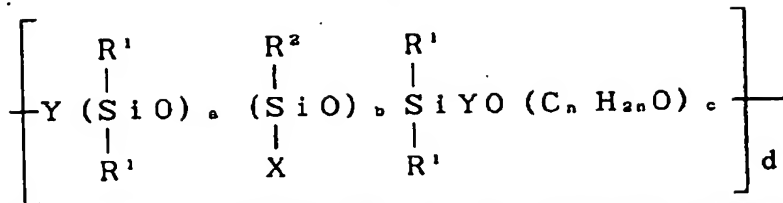
〔式中、R¹ は脂肪族不飽和を含まない1価の炭化水素基、Xは式-R³-Z (R³ は直接結合または炭素原子数1~20の二価炭化水素基、Zはアミノ基含有基、アンモニウム基含有基またはエポキシ基含有基を表す) で表される反応性官能基、R² はR¹ またはXのいずれかを表し、nは2~4の整数、aは少なくとも2の整数、bは少なくとも1の整数、cは少なくとも4の整数、dは少なくとも2の整数、Yは炭素-珪素によって隣接珪

素原子にそして酸素原子によってポリオキシアルキレンブロックに結合している2価の有機基を表す〕で表される反応性シリコン系ブロック共重合体を含有する毛髪化粧料。

〔効果〕 泡立ちや乳化性が良く、毛髪を処理した場合の毛髪の仕上がり、風合い、つや、セット性、感触、櫛通り性、枝毛の予防および修復効果等が優れる。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 次式：



*【化1】

*

【式中、 R^1 は脂肪族不飽和を含まない1価の炭化水素基を表し、

X は次式：

$-\text{R}^1 - \text{Z}$

（式中、 R^1 は直接結合または炭素原子数1～20の二価炭化水素基を表し、 Z はアミノ基含有基、アンモニウム基含有基またはエポキシ基含有基を表す）で表される反応性官能基を表し、

R^2 は R^1 または X のいずれかを表し、

n は2～4の整数であり、 a は少なくとも2の整数であり、 b は少なくとも1の整数であり、 c は少なくとも4の整数であり、 d は少なくとも2の整数であり、 Y は炭素-珪素によって隣接珪素原子にそして酸素原子によってポリオキシアルキレンブロックに結合している2価の有機基を表し、各シロキサンプロックの平均分子量は約250～約10,000であり、各ポリオキシアルキレンブロックの平均分子量は約200～約10,000であり、シロキサンプロックは共重合体の約25～約95重量%を構成し、そしてブロック共重合体は少なくとも約1,000の平均分子量を有する】で表される反応性シリコン系ブロック共重合体を含有することを特徴とする毛髪化粧料。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、特定のシリコン系ブロック共重合体を含有し、シャンプー剤、リンス剤、セトリション剤、ヘアスプレー剤、パーマントウエーブ剤、ムース剤、染毛剤等として使用できる毛髪化粧料に関する。

【0002】

【従来の技術】毛髪はシャンプー等で洗浄され、リンス剤でリンスされた後、整髪剤、ムース剤等で保護され、ヘアスプレー剤、セトリション剤等でセットされる。また、パーマント剤、染毛剤を更に使用することもある。これらの毛髪に使用する組成物は毛髪化粧料と呼ばれるが、毛髪を保護する目的で植物油、動物油、※

※鉱油、合成油等が配合されている。

10 【0003】特に、最近のシリコン系高分子技術の進歩により、各種ポリシロキサン系重合体が合成され、その特異な性質が着目され、毛髪化粧料の主成分として配合されるようになってきた。中でも本出願人は特開平4-211605号において、毛髪に帯電防止効果を与え、櫛通り性を良くし、仕上がりの風合いが良くつややかで、ボリューム感、バルキー感、しっとり感を与え、乳化効果、泡立ち効果をよくする毛髪化粧料として特定の線状ポリシロキサン-ポリオキシアルキレンブロック共重合体を配合した毛髪化粧料を提案した。

20 【0004】しかし、上記毛髪化粧料により毛髪に形成された被膜は一時的なもので、シャンプーやブロー、ブラッシング等日常の毛髪の手入れによりその効果は容易に衰えてしまうという欠点があった。また、近年、シリコン類が配合された毛髪化粧料が広く使用されるようになり、従来のシリコン類配合毛髪化粧料よりも更に良い風合いを与えることができる毛髪化粧料が強く望まれるようになった。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、毛髪に帯電防止効果を与え、櫛通り性を良くし、仕上がりの風合いが従来のシリコン類配合毛髪化粧料より良く、つややかで、ボリューム感、バルキー感、しっとり感を与え、セトリ性が良く、乳化効果、泡立ち効果をよくし、シャンプーやブロー、ブラッシング等日常の毛髪の手入れに対するそれらの効果の持続性が良い毛髪化粧料を提供することを課題とする。

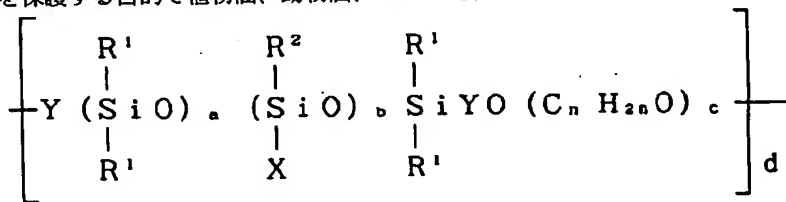
【0006】

【課題を解決するための手段】本発明者等は、上記課題につき鋭意検討した結果、反応性基を導入した特定のシリコン系ブロック共重合体により上記課題が解決されることを見出だし、本発明を完成させた。

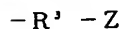
【0007】

【発明の概要】従って、本発明は、次式：

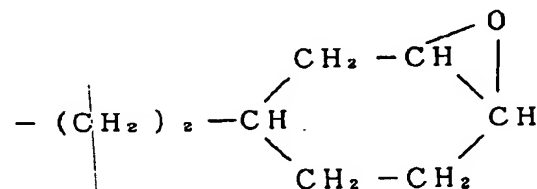
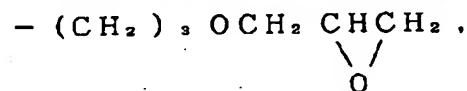
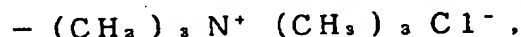
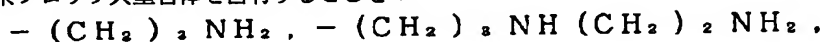
【化2】



〔式中、 R^1 は脂肪族不飽和を含まない1価の炭化水素基を表し、 X は次式：



(式中、 R^1 は直接結合または炭素原子数1~20の二価炭化水素基を表し、 Z はアミノ基含有基、アンモニウム基含有基またはエポキシ基含有基を表す)で表される反応性官能基を表し、 R^1 は R^1 または X のいずれかを表し、 n は2~4の整数であり、 a は少なくとも2の整数であり、 b は少なくとも1の整数であり、 c は少なくとも4の整数であり、 d は少なくとも2の整数であり、 Y は炭素-珪素によって隣接珪素原子にそして酸素原子によってポリオキシアルキレンブロックに結合している2価の有機基を表し、各シロキサンブロックの平均分子量は約250~約10,000であり、各ポリオキシアルキレンブロックの平均分子量は約200~約10,000であり、シロキサンブロックは共重合体の約25~約95重量%を構成し、そしてブロック共重合体は少なくとも約1,000の平均分子量を有する〕で表される反応性シリコン系ブロック共重合体を含むことを*



等を挙げることができるが、特にこれに限定されるものではない。 X 基が $-(CH_2)_3NH_2$ 、 $-(CH_2)_3NH(CH_2)_2NH_2$ 、 $-(CH_2)_3N(CH_3)_2$ 、 $-(CH_2)_3N(CH_3)(CH_2)_2N(CH_3)_2$ 、 $-(CH_2)_3N^+(CH_3)_3Cl^-$ 等のアミノ基含有基や $-(CH_2)_3OCH_2CHCH_2$ 等のアンモニウム基含有基である反応性シリコン系ブロック共重合体を含む毛髪化粧料は、毛髪の風合いを特に向上させるので好ましい。更に、これらの中で、 $-(CH_2)_3N(CH_3)_2$ 、 $-(CH_2)_3N(CH_3)(CH_2)_2N(CH_3)_2$ 、 $-(CH_2)_3N^+(CH_3)_3Cl^-$ 等のアミノ基またはアンモニウム基の活性水素原子がアルキル基で置換されたものは、臭いが少ないので毛髪化粧料用途に特に適している。

*特徴とする毛髪化粧料に関する。

〔0008〕

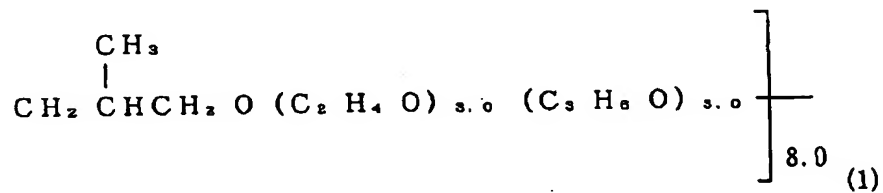
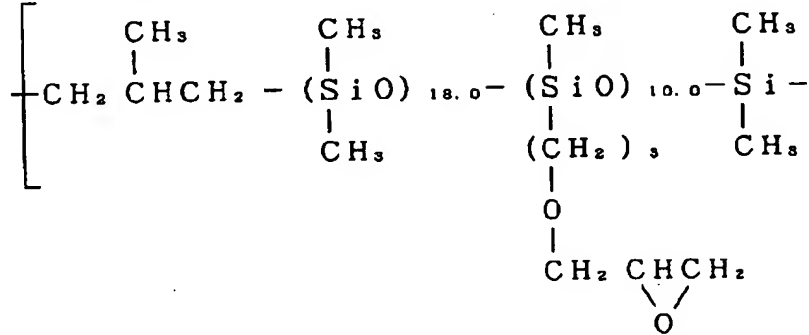
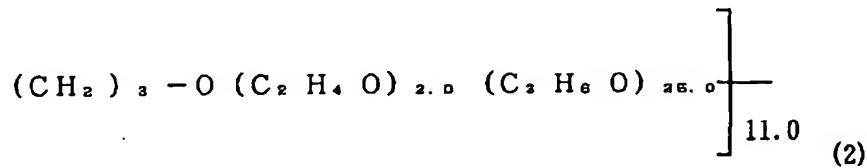
〔発明の実施の形態〕上記式中、 R^1 は互いに独立して脂肪族不飽和を含まない1価の炭化水素基、例えば、メチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基、オクチル基、ドデシル基、フェニル基、フェネチル基等であるが、メチル基、エチル基およびフェニル基が好ましく、特にメチル基が好ましい。

〔0009〕上記 X 基の R^1 は直接結合または炭素原子数1~20の二価炭化水素基、例えば、 $-CH_2-$ 、 $-CH_2CH_2-$ 、 $-CH_2CH_2CH_2-$ 、 $-CH(CH_3)CH_2-$ 、 $-(CH_2)_4-$ 、 $-(CH_2)_5-$ 、 $-(CH_2)_6-$ 、 $-(CH_2)_7-$ 、 $-(CH_2)_8-$ 、 $-(CH_2)_9-$ 、 $-(CH_2)_{10}-$ 、 $-(CH_2)_{11}-$ 、 $-(CH_2)_{12}-$ 、 $-(CH_2)_{13}-$ 、 $-(CH_2)_{14}-$ 、 $-(CH_2)_{15}-$ であり、好ましくはプロピレン基である。また、 X 基の Z はアミノ基含有基、アンモニウム基含有基またはエポキシ基含有基を表す。 X 基の具体例としては、例えば、

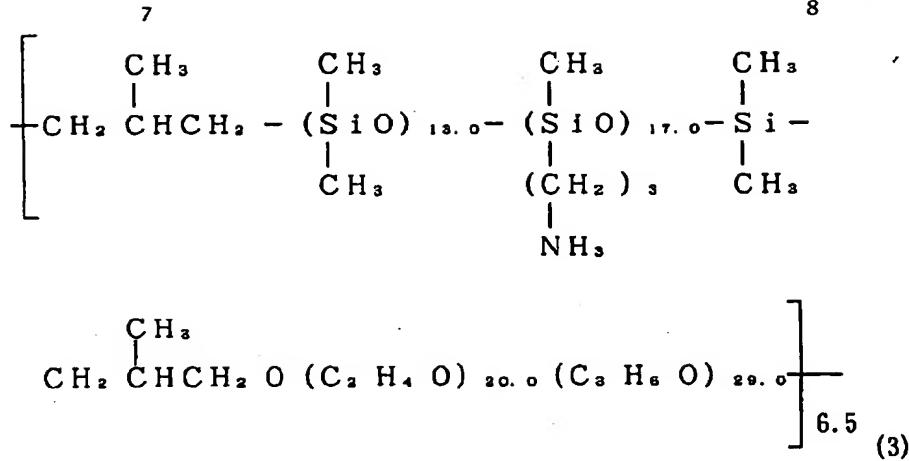
〔化3〕

〔0010〕上記式において、 Y で表される2価の有機基の例は、 $-R^1-$ 、 $-R^1-CO-$ 、 $-R^1-NHC(O)-$ 、 $-R^1-NHCONHR^1-NHCO-$ または $-R^1-OOCNH-R^1-NHCO-$ (式中、 R^1 は2価のアルキレン基、例えばエチレン基、プロピレン基、ブチレン基等であり、 R^1 は2価のアルキレン基、例えば R^1 として例示した基または2価のアリレン基、例えば、 $-C_6H_4-$ 、 $-C_6H_4-C_6H_4-$ 、 $-C_6H_4-C_6H_4-$ 、 $-C_6H_4-C_6H_4-$ 、 $-CH_2-C_6H_4-$ 、 $-CH_2-C_6H_4-$ 、 $-CH(CH_3)-C_6H_4-$ 、 $-C_6H_4-$ などである。)である。基 Y の好適な例は以下のものである。 $-CH_2CH_2-$ 、 $-CH_2CH_2CH_2-$ 、 $-CH_2CH(CH_3)CH_2-$ 、 $-CH_2CH_2CH_2CH_2-$ 、 $-(CH_2)_4-$ 、 $CO-$ 、 $-(C_6H_4)_2-$ 、 $NHCO-$ 、 $-(CH_2)_3NHCONHC$ 、

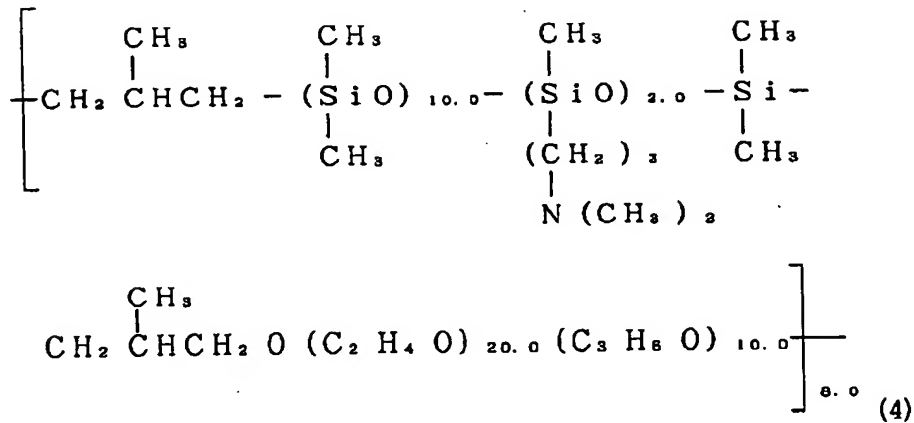
*【００１１】本発明の反応性シリコン系ブロック共重合体の具体例としては、例えば次のものを挙げることができるが、もちろんこれらに限定されるものではない。
【化４】


$$\left[(\text{CH}_2)_3 - \begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ | \\ \text{Si} \text{ O} \\ | \\ \text{CH}_3 \end{array} \right]_{18.0} - \begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ | \\ \text{Si} \text{ O} \\ | \\ (\text{CH}_2)_3 \\ | \\ \text{NH} (\text{CH}_2)_2 \text{NH}_2 \end{array} \begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ | \\ \text{Si} \text{ O} \\ | \\ \text{CH}_3 \end{array} \begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ | \\ \text{Si} \text{ O} \\ | \\ \text{CH}_3 \end{array}$$


【化6】

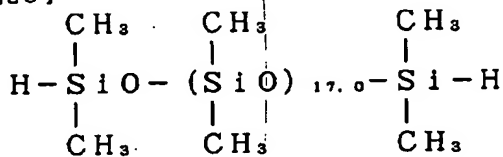


【化7】

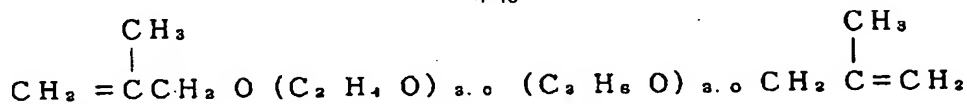


【0012】本発明で使用する反応性シリコン系ブロック共重合体は、公知である従来の合成方法の組合せにより製造することができる。例えば、上記式(1)で表される化合物の場合、次式：

【化8】

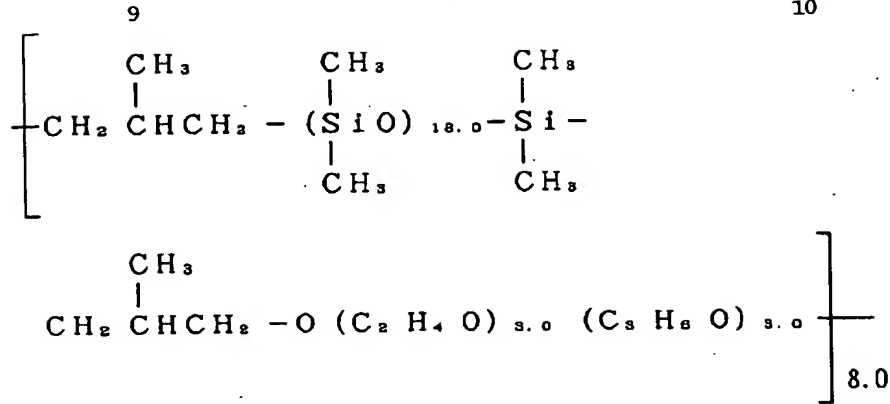


*40



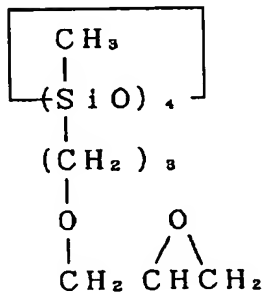
で示される両末端メタリル変性ポリグリコールを白金系触媒の存在下で付加反応させることによって次式：

【化10】



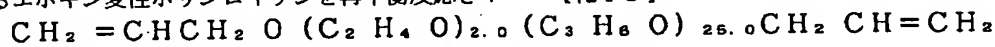
を得、引き続き、アルカリ触媒存在下に次式：

【化11】



で示されるエポキシ変性ポリシロキサンを再平衡反応させ*

【化13】

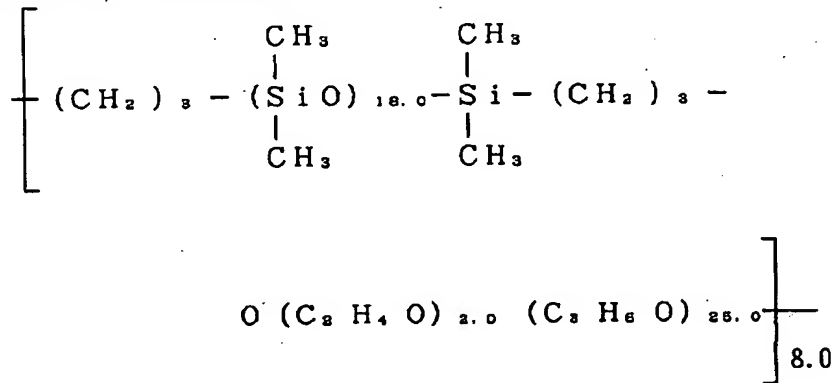


で示される両末端アリル変性ポリグリコールを白金系触

※【化14】

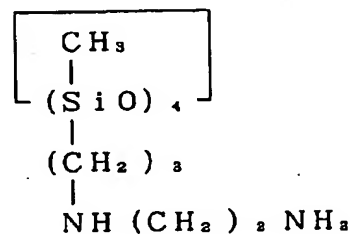
媒の存在下で付加反応させることによって次式：

※



を得、引き続き、アルカリ触媒存在下に次式：

【化15】

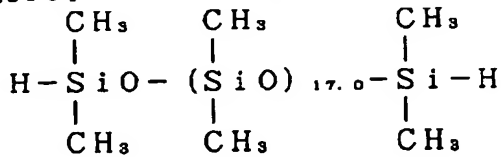


50 で示されるアミノ変性ポリシロキサンを再平衡反応させ

ることによって得られる。

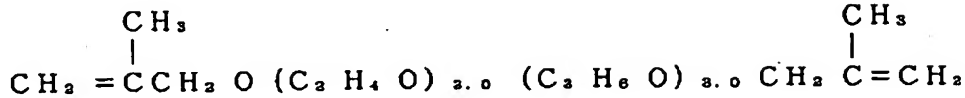
【0014】また別の合成方法としては、例えば、上記式(1)で表される化合物の場合、次式：

【化16】

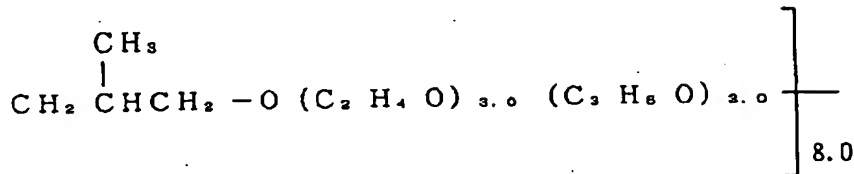
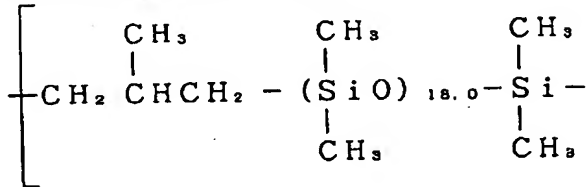


*で示されるメチルヒドロジェンポリシロキサンに次式：
【化17】

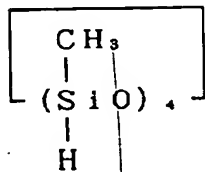
*10



で示される両末端メタリル変性ポリグリコールを白金系触媒の存在下で付加反応させることによって次式： ※【化18】

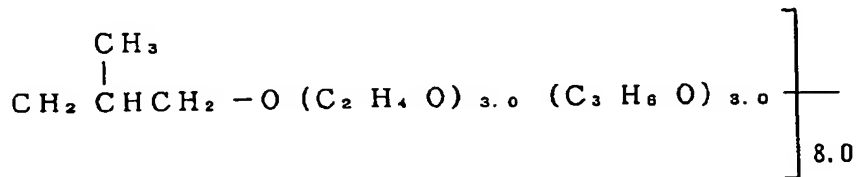
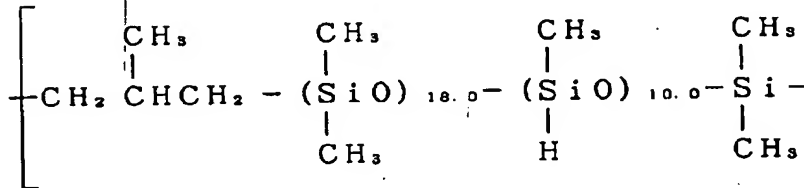


を得、引き続き、酸触媒存在下に次式：
【化19】



★で示されるメチルヒドロジェンポリシロキサンを再平衡反応させることによって次式：
【化20】

★



で示されるメチルヒドロジェンポリシロキサン-ポリ 50 グリコールブロック共重合体得られ、さらに次式：

【化21】



を白金系触媒の存在下で付加反応させることによって得られる。

【0015】また、上記式(2)で表される化合物の場合、対応するメチルヒドロジェンポリシロキサンーポリグリコールブロック共重合体に $\text{CH}_2 = \text{CHCH}_2 \text{C}$ 1 を白金系触媒の存在下で付加反応させ、次に得られた

生成物をエチレンジアミンと反応させることによって得られる。

【0016】もちろん、製造方法に関しては、特に上述に限定されることはない。

【0017】本発明は、上記反応性シリコーン系ブロック共重合体を含む毛髪化粧料であり、様々な形態で使用できる。例えば、それらをアルコール類、炭化水素類、揮発性環状シリコーン類等に溶解または分散させて用いてもよいし、更には界面活性剤を用いて水に分散させてエマルジョンの形態で用いることもできる。また、

プロパン、ブタン、トリクロロモノフルオロメタン、ジクロロジフルオロメタン、ジクロロテトラフルオロエタン、炭酸ガス、窒素ガス等の噴射剤を併用してスプレーとして用いることもできる。それらの形態でシャンプー剤、リンス剤、セットローション剤、ヘアスプレー剤、パーマメントウェーブ剤、ムース剤、染毛剤等として使用できる。

【0018】また、毛髪化粧料中の上記反応性シリコーン系ブロック共重合体の配合量は限定されないが、好ましくは0.01重量%~80重量%であり、特に好ましくは0.1~40重量%である。上記反応性シリコーン系ブロック共重合体の配合量が少なすぎると本発明の効果が少ないし、多すぎると毛髪に均一に塗布するのが困難になるからである。また、上記反応性シリコーン系ブロック共重合体は予め揮発性環状シリコーン類に溶解もしくは分散させてから配合すると取扱いが容易でかつ毛髪に良くなじむので好ましい。

【0019】本発明の毛髪化粧料には、通常毛髪化粧料に配合されている添加剤を本発明の効果が損なわれない程度に配合することができる。例えば、各種形状(例えば、オイル、樹脂、ガム、ゴム、粉末等)のシリコーン化合物(例えば、ジメチルポリシロキサン、ジメチルメチルフェニルポリシロキサン、アミノ変性ジメチルポリシロキサン、エポキシ変性ジメチルポリシロキサン、ポリエーテル変性ジメチルポリシロキサン、ポリカプロラクトン変性ジメチルポリシロキサン、 α -オレフィン変性ジメチルポリシロキサン等)、各種油分(例えばツバキ油、ナタネ油、ゴマ油、サフラワー油、綿実油、ヒマシ油、大豆油、ヤシ油、パーム油、ミツロウ、モンタノロウ、ラノリン、スクワレン等)、界面活性剤(例え

ば、アルキルベンゼンスルホン酸塩、ポリオキシアルキレンアルキル硫酸エステル、アルキル硫酸エステル、アルカンスルホン酸塩、アルキルエトキシカルボン酸塩、コハク酸誘導体、アルキルアミノオキサイド、イミダゾリン型化合物、ポリオキシエチレンアルキルまたはアルケニルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル、高級脂肪酸アルカノールアミドまたはそのアルキレンオキサイド付加物等)、高分子化合物(例えば、ヒドロキシエチルセルロース、ヒドロキシプロピルセルロース、ヒドロキシプロピルメチルセルロース、メチルセルロース、カチオン化セルロース、カチオン化高分子、ポリビニルピロリドン、ビニルピロリドンと酢酸ビニルの共重合体、ビニルピロリドン-酢酸ビニル-アルキルアミノアクリレート共重合体、メチルビニルエーテル-無水マレイン酸共重合体の低級アルキルハーフエステル、酢酸ビニル-クロトン酸共重合体、アクリル酸-アクリル酸エステル-N-アルキルアクリルアミド共重合体、酢酸ビニル-クロトン酸(ト-ブチル)-安息香酸ビニル共重合体、ポリ(2-アクリルアミド-2-メチルプロパンスルホン酸ナトリウム)、ビニルピロリドン-メタクリル酸-酢酸(ト-ブチル)共重合体、ビニルピロリドン-アクリル酸またはメタクリル酸共重合体、特開平5-310538号公報に記載されたカチオン性樹脂等)、酸化防止剤、紫外線吸収剤、保湿剤、香料、染料、顔料、色素、防腐剤、ビタミン剤、ホルモン剤、消臭剤、固着剤等を適量配合しても良い。

【0020】

【実施例】以下、本発明を実施例に基づいて説明するが、本発明はこれらに限定されるものでなく、本発明の技術思想を利用する実施態様はすべて本発明の範囲に含まれるものである。

【0021】実施例1~9、比較例1~6：毛髪化粧料(一般例)

下記の表1および2に示した組成に従って、本発明品1~9および比較品1~6を常法により調製し、外観を観察した。それらの組成物で毛髪を下記方法で評価をし、その結果を表1および表2に示した。

(評価方法)日本人女性枝毛毛髪30cm/5gを束にし、組成物を毛髪に5g直接塗布した後、自然乾燥させ、以下の基準で評価した。その後、下記洗髪方法により5回洗髪してから同様の評価を行った。また、洗髪工程の代わりにブラシを20回通した後、同様の評価を行った。これらの評価結果を表1及び2に示した。

(評価基準)

接着効果：

◎：接着しているが、はがれない。

○：接着しているが、わずかにのはがれる。

△：接着しているが、ほとんどはがれる。

×：接着していない。

感触：

手で触った感触を以下の基準で評価した。

◎：総合的に非常に良い感触である。

○：総合的に良い感触である。

△：総合的にあまり良くない感触である。

×：総合的に非常に悪い感触である。

帯電防止性：

○：ほこりは付着していなく、毛髪のもつれもない。

△：少量のほこりの付着が認められ、毛髪もややもつれ*

表1

成分 (重量%)		本発明品									
		1	2	3	4	5	6	6-2	7	8	9
・化合物1 ・化合物2 ・化合物3 ・化合物3-2 ・化合物4 ・化合物5 ・ポリジメチルシロキサンガム (分子量2,000,000)		5.0	1.0	10.0	5.0	5.0	5.0	5.0	4.0	4.0	4.0
									1.0	1.0	1.0
・オクタメチルシクロペンタ シロキサン ・エタノール		95.0	99.0	90.0	95.0	95.0	95.0	95.0	95.0	95.0	95.0
					95.0						
評価結果	・外 観	透明 均一	透明 均一	透明 均一	透明 均一	透明 均一	透明 均一	透明 均一	透明 均一	透明 均一	透明 均一
	・接着効果 initial	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎
	洗髪後	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎
	ブラッシング後	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎
	・感触 initial	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎
	洗髪後	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎
	ブラッシング後	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎
	・帯電防止性 initial	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
	洗髪後	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
	ブラッシング後	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○

* ている。

×：ほこりが付着し、毛髪ももつれている。

(洗髪方法) 2%ラウリル硫酸ナトリウム水溶液0.3gを塗布して洗浄し、温油で十分すすいだ後、自然乾燥する。

【0022】

【表1】

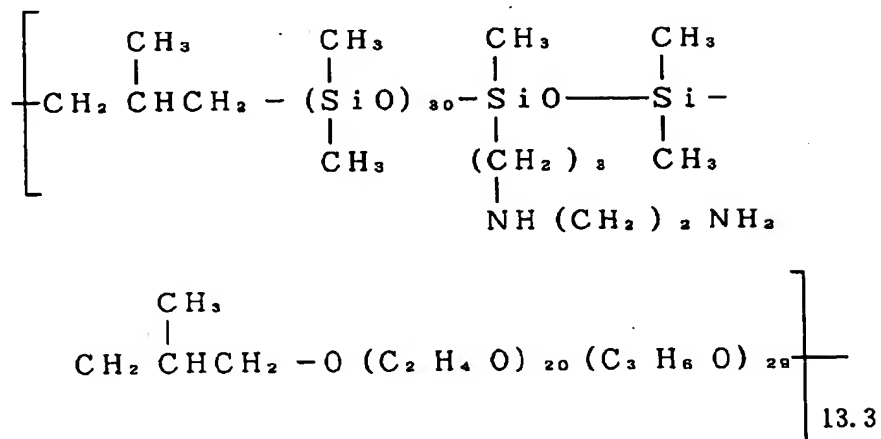
【表2】

表2

成分 (重量%)		比較品						
		1	2	3	4	4-2	5	6
・化合物4 ・化合物5 ・化合物6 ・化合物7 ・化合物8		5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	2.5 2.5	2.5 2.5
・オクタメチルシクロペンタ シロキサン		95.0	95.0	95.0	95.0	95.0	95.0	95.0
評価結果	・外 観	透明 均一	半透明 均一	透明 均一	透明 均一	透明 均一	透明 均一	透明 均一
	・接着効果 initial	◎	○	○	×	◎	○	○
	洗髪後	×	△	×	×	◎	×	×
	ブラッシング後	△	○	△	×	◎	○	×
	・感触 initial	○	○	○	△	◎	○	○
	洗髪後	×	△	△	×	◎	△	×
	ブラッシング後	×	○	○	×	◎	○	×
	・帯電防止性 initial	○	△	△	○	△	○	○
	洗髪後	×	×	×	×	×	×	×
	ブラッシング後	△	△	×	△	△	△	△

【0023】本発明品1~9及び比較品1~6を調製する。
 るのに使用した化合物1~8は次式を有するものであ * 【化22】

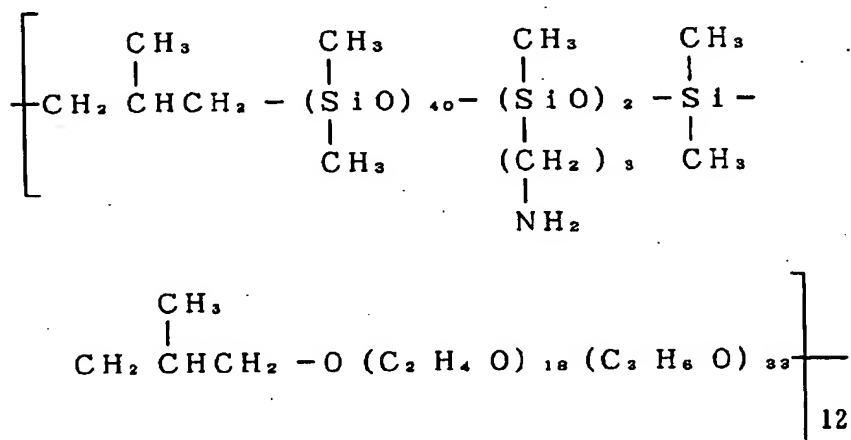
化合物1



【化23】

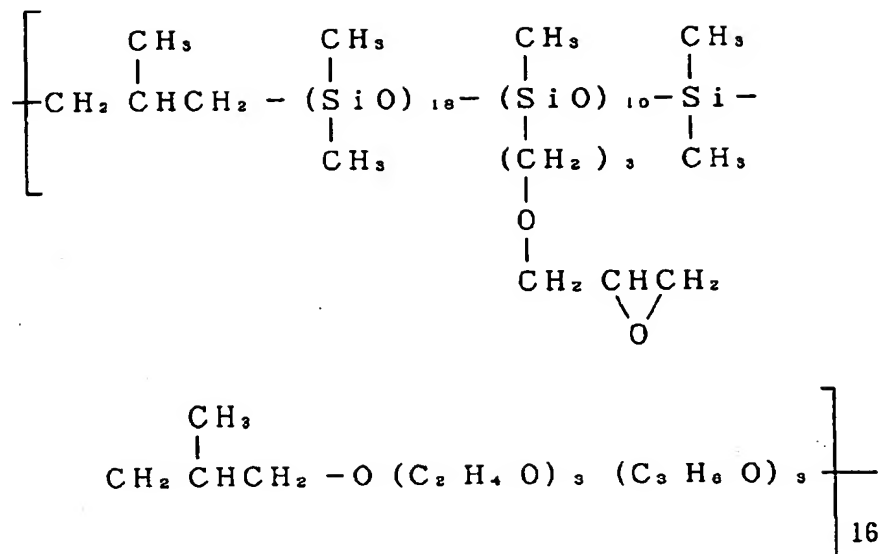
20

化合物2



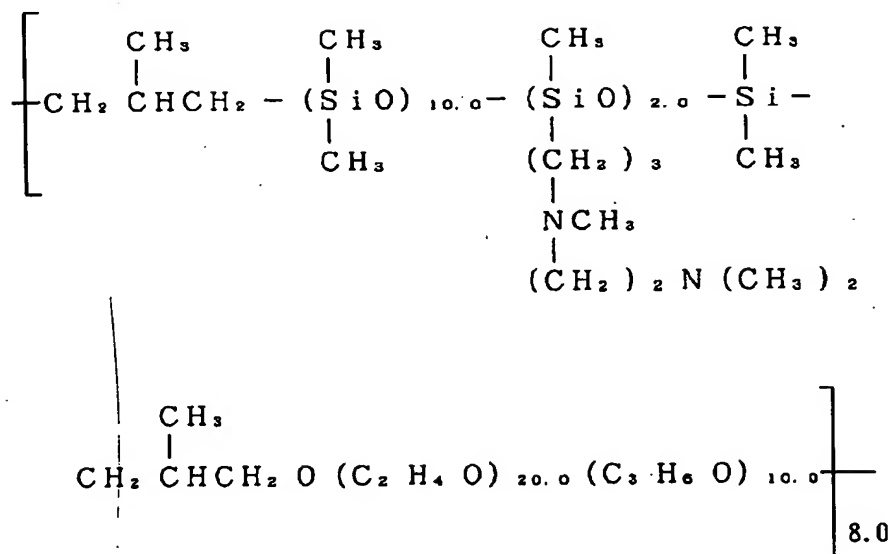
【化24】

化合物3



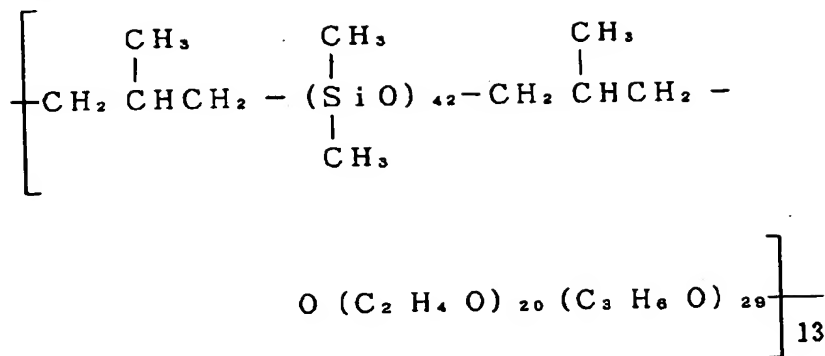
[化25]

化合物3-2



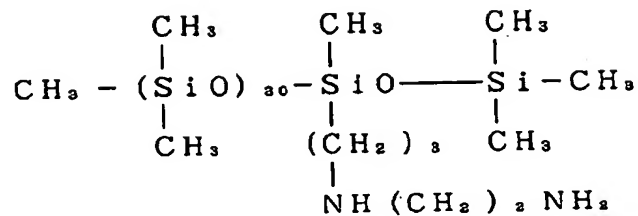
[化26]

21
化合物4



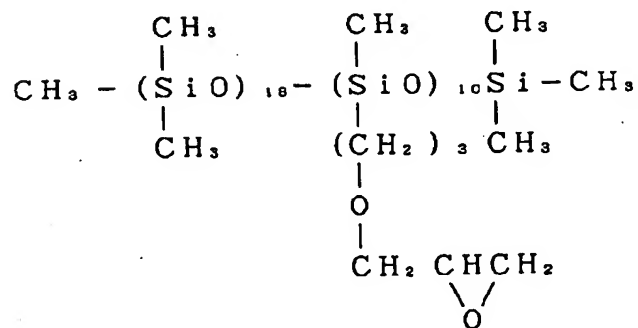
[化27]

化合物5



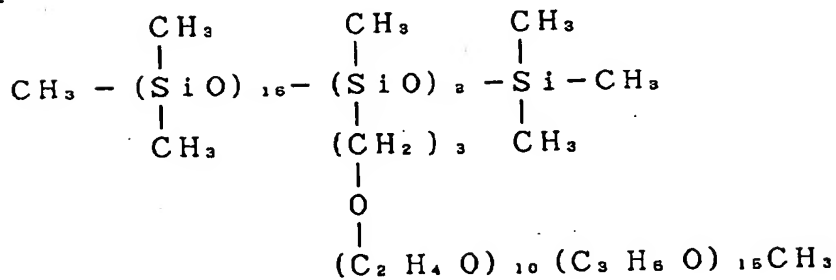
[化28]

化合物6

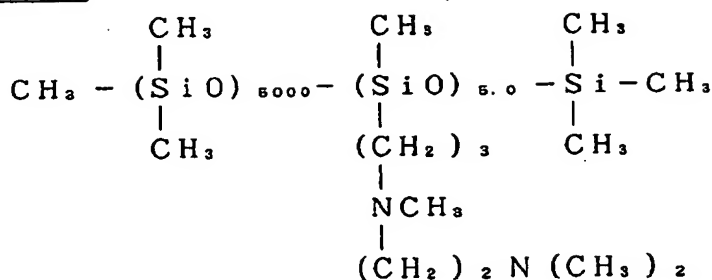


[化29]

化合物7



[化30]

23
化合物8

【0024】表1および表2に示されるように、本発明品1～9は外観、枝毛の接着効果、感触、帯電防止性が全て優れ、洗髪やブラッシングによっても効果の低下は少なく毛髪化粧料として好適なものであった。それに対し、本発明の範囲から外れる比較品1～6は、それらの性能を全て満足させなかったり、洗髪やブラッシングによって効果の低下が大きかった。

【0025】実施例10：シャンプー剤

* 以下の表3に示す処方でシャンプー剤を調製したところ、泡立ちが良く、洗髪後の毛髪の仕上がり、風合い、つや、セット性、感触、櫛通り性、枝毛の予防および修復効果等が優れ、ボリューム感、バルキー感、しっとり感があり更に静電気の発生および蓄積等の問題が起きず、洗髪やブラッシングによっても前記効果が持続する良好なシャンプー剤が得られた。

* 【表3】
表3

成 分	配合量 (重量部)
C ₁₄ -α-オレフィンスルホン酸ナトリウム	15.0
グリセリンモノステアレート	5.0
化合物1	1.0
オクタメチルシクロペンタシロキサン	8.0
ポリエチレングリコール (分子量9,000)	0.5
ジステアレート	
安息香酸ナトリウム (殺菌剤)	1.0
香料	適量
黄色203号 (色素)	0.01
クエン酸 (pH5.8に調整)	適量
精製水	バランス

【0026】実施例11：シャンプー剤

実施例10中の化合物1を化合物2に変更した以外は全く同様のシャンプー剤を調製したところ、実施例10と同様に良好なシャンプー剤が得られた。

【0027】実施例12：シャンプー剤

実施例10中の化合物1を化合物3に変更した以外は全く同様のシャンプー剤を調製したところ、実施例10と同様に良好なシャンプー剤が得られた。

【0028】実施例13：ヘアトリートメント剤

以下の表4に示す処方でヘアトリートメント剤を調製したところ、処理後の毛髪の仕上がり、風合い、つや、セット性、感触、櫛通り性、枝毛の予防および修復効果等が優れ、ボリューム感、バルキー感、しっとり感があり、更に静電気の発生および蓄積等の問題が起きず、洗髪やブラッシングによっても効果が持続する良好なヘアトリートメント剤が得られた。

【表4】

表4

成 分	配合量 (重量部)
化合物1	10.0
流動化パラフィン	2.0
自己乳化型モノステアリン酸グリセリド	3.0
エチレングリコールモノステアレート	5.0
セチルアルコール	0.5
塩化ジメチルベンジルアンモニウム	3.0
防腐剤	適量
香料	適量
精製水	バランス

【0029】実施例14：ヘアトリートメント剤

実施例13中の化合物1を化合物2に変更した以外は全く同様のヘアトリートメント剤を調製したところ、実施例13と同様に良好なヘアトリートメント剤が得られた。

【0030】実施例15：ヘアトリートメント剤

実施例13中の化合物1を化合物3に変更した以外は全く同様のヘアトリートメント剤を調製したところ、実施例13と同様に良好なヘアトリートメント剤が得られた。

*
表5

成 分	配合量 (重量部)
化合物1	11.0
オクタメチルシクロペンタシロキサン	15.0
香料	適量
トリクロルフルオロメタン	37.0
ジクロルジフルオロメタン	37.0

【0032】実施例17：ヘアスプレー剤

実施例16中の化合物1を化合物2に変更した以外は全く同様のヘアスプレー剤を調製したところ、実施例16と同様に良好なヘアスプレー剤が得られた。

【0033】実施例18：ヘアスプレー剤

実施例16中の化合物1を化合物3に変更した以外は全く同様のヘアスプレー剤を調製したところ、実施例16と同様に良好なヘアスプレー剤が得られた。

【0034】実施例19：ヘアリキッド剤

*【0031】実施例16：ヘアスプレー剤

以下の表5に示す処方ではヘアスプレー剤を調製したところ、処理後の毛髪の仕上がり、風合い、つや、セット性、感触、櫛通り性、枝毛の予防および修復効果等が優れ、ボリューム感、バルキー感、しっとり感があり、更に静電気の発生および蓄積等の問題が起きず、洗髪やブラッシングによっても効果が持続する良好なヘアスプレー剤が得られた。

【表5】

以下の表6に示す処方ではヘアリキッド剤を調製したところ、処理後の毛髪の仕上がり、風合い、つや、セット性、感触、櫛通り性、枝毛の予防および修復効果等が優れ、ボリューム感、バルキー感、しっとり感があり、更に静電気の発生および蓄積等の問題が起きず、洗髪やブラッシングによっても効果が持続する良好なヘアリキッド剤が得られた。

【表6】

表6

成 分	配合量 (重量部)
化合物1	5.0
オクタメチルシクロペンタシロキサン	10.0
ポリオキシプロピレン (30) ブチルエーテル	10.0
ポリエチレングリコール6000	5.0
香料	適量
エタノール	39.0
精製水	31.0

【0035】実施例20：ヘアリキッド剤
 実施例19中の化合物1を化合物2に変更した以外は全く同様のヘアリキッド剤を調製したところ、実施例19と同様に良好なヘアリキッド剤が得られた。

【0036】実施例21：ヘアリキッド剤
 実施例19中の化合物1を化合物3に変更した以外は全く同様のヘアリキッド剤を調製したところ、実施例19と同様に良好なヘアリキッド剤が得られた。

【0037】実施例22：シャンプー剤

* 以下の表7に示す処方でシャンプー剤を調製したところ、泡立ちが良く、洗髪後の毛髪の仕上がり、風合い、つや、セット性、感触、櫛通り性、枝毛の予防および修復効果等が優れ、ボリューム感、バルキー感、しっとり感があり更に静電気の発生および蓄積等の問題が起きず、洗髪やブラッシングによっても前記効果が持続する良好なシャンプー剤が得られた。

20 【表7】

*
 表7

成 分	配合量 (重量部)
C ₁₄ - α -オレフィンスルホン酸ナトリウム	15.0
グリセリンモノステアレート	4.0
化合物1	0.8
化合物5	0.2
オクタメチルシクロペンタシロキサン	8.0
ポリエチレングリコール (分子量9,000)	0.5
ジステアレート	
安息香酸ナトリウム (殺菌剤)	1.0
香料	適量
黄色203号 (色素)	0.01
クエン酸 (pH5.8に調整)	適量
精製水	バランス

【0038】実施例23：シャンプー剤

実施例22中の化合物1を化合物2に変更した以外は全く同様のシャンプー剤を調製したところ、実施例22と同様に良好なシャンプー剤であった。

【0039】実施例24：シャンプー剤

実施例22中の化合物1を化合物3に変更した以外は全く同様のシャンプー剤を調製したところ、実施例22と同様に良好なシャンプー剤であった。

【0040】実施例25：シャンプー剤

実施例22中の化合物5をポリジメチルシロキサンガム (分子量2,000,000) に変更した以外は全く同様のシャンプー剤を調製したところ、実施例22と同様に

に良好なシャンプー剤であった。

40 【0041】実施例26：シャンプー剤

実施例25中の化合物1を化合物2に変更した以外は全く同様のシャンプー剤を調製したところ、実施例25と同様に良好なシャンプー剤であった。

【0042】実施例27：シャンプー剤

実施例25中の化合物1を化合物2に変更した以外は全く同様のシャンプー剤を調製したところ、実施例25と同様に良好なシャンプー剤であった。

【0043】実施例28：エアゾールヘアラッカー

下記の表8に示す処方でエアゾールヘアラッカーを調製したところ、処理後の毛髪のセット性、仕上がり、つ

50

や、感触、櫛通り性、枝毛の予防および修復効果等が優
れ、ボリューム感、バルキー感、しっとり感があり、更
に静電気の発生および蓄積等の問題が起きず、洗髪やブ*

* ラッシングによっても効果が持続する良好なエアゾール
ヘアラッカーが得られた。

【表8】

表8

(原液処方)	
成 分	配合量 (重量部)
化合物1	3.0
酢酸ビニル (65重量%) / クロトン酸 (10重量%) / tert-ブチル-安息香酸ビニル (25重量%) 共重合体	10.0
上記共重合体の酸官能基を100%中和するための2-アミノ-2-メチル-1-プロパノール	必要量
エタノール	全体を100重量部に にするのに必要な量
(充填処方)	
成 分	配合量 (重量部)
原液	40.0
ジメチルエーテル	40.0
ペンタン	20.0

【0044】実施例29：エアゾールヘアラッカー
実施例27中の化合物1を化合物2に変更した以外は全
く同様のエアゾールヘアラッカーを調製したところ、実
施例27と同様な良好なエアゾールヘアラッカーであっ
た。

【0045】実施例30：エアゾールヘアラッカー
実施例27中の化合物1を化合物3に変更した以外は全
く同様のエアゾールヘアラッカーを調製したところ、実
施例27と同様な良好なエアゾールヘアラッカーであっ
た。

【0046】実施例31：シャンプー剤
実施例10中の化合物1を化合物3-2に変更した以外
は全く同様のシャンプー剤を調製したところ、実施例1

0と同様に良好で、更にアミン臭が全くしないシャンプ
ー剤が得られた。

【0047】実施例32：頭髮用泡沫状エアゾール化粧品

以下の表9に示す処方で頭髮用泡沫状エアゾール化粧品
を調製した。その結果、アミン臭が全くせず、処理後の
毛髪の上上がり、風合い、つや、セット性、感触、櫛通
り性、枝毛の予防および修復効果等が優れ、ボリューム
感、バルキー感、しっとり感があり、手にべとつかず、
静電気の発生および蓄積等の問題が起きず、さらに、洗
髪やブラッシングによっても前記効果が持続する良好な
頭髮用泡沫状エアゾール化粧品が得られた。

【表9】

表9

成 分	配合量 (重量部)
イソパラフィン	8.0
化合物3-2	5.0
ポリオキシエチレン(120)硬化ひまし油	2.0
グリセリン	1.0
カチオン性樹脂溶液	5.0
エタノール	10.0
イオン交換水	バランス
n-ブタン	8.0
香料	適量

【0048】尚、表9中で使用したカチオン性樹脂溶液は特開平5-310538号公報に記載されているものの一つで、以下の方法により調製したものである。即ち、還流冷却器、滴下ロート、温度計、窒素置換用ガラス管および攪拌装置を取り付けた五つ口フラスコに、ジメチルアミノエチルメタクリレート55重量部、ラウリルアクリレート15重量部、セチルメタクリレート20重量部、ベヘニルメタクリレート10重量部および無水エタノール100重量部を入れ、アゾビスイソブチロニトリル0.3重量部を加え、窒素気流下、80℃で還流加熱し、更に2時間後にアゾビスイソブチロニトリルを0.6重量部追加して、同温度で6時間重合を行った。次に、これを硫酸ジエチル53.9重量部（ジメチルアミノエチルメタクリレートに対し等モル量）および無水エタノール100重量部を添加し、更に窒素気流下50℃で10時間変性化反応を行わせた。次いで、エタノール

ル含量を調節して、ポリマー含量が30重量%のカチオン性樹脂溶液を得た。この樹脂の変性前の重量平均分子量は120,000であった。

【0049】

【発明の効果】本発明の毛髪化粧料は、反応性基を導入した特定のポリジオルガノシロキサン-ポリオキシアルキレン交互ブロック共重合体を含有するので、泡立ちや乳化性が良く、毛髪を処理した場合の毛髪の仕上がり、風合い、つや、セット性、感触、櫛通り性、枝毛の予防および修復効果等が優れ、ボリューム感、バルキー感、しっとり感があり、静電気の発生および蓄積等の問題が起きず、更にシャンプーやブラッシング等日常の手入れに対する上記の効果の持続性が良い、従来のものより優れたシャンプー剤、リンス剤、セットローション剤、ヘアスプレー剤、パーマメントウェーブ剤、ムース剤、染毛剤等として使用でき、産業上非常に有効である。

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☒ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.